



Analiza wilgoci — przewodnik



Ingenuously Practical

Spis treści

1. Wstępne omówienie pojęcia zawartości wilgoci i przegląd technik pomiarowych	4
Definicja zawartości wilgoci	4
Co to jest termograwimetryczna analiza wilgoci?	4
Technologia halogenowa a grzałka podczerwieni.	5
2. Instalacja i konfiguracja początkowa, wybór lokalizacji	6
Wybór lokalizacji	6
Konfiguracja początkowa	6
3. Określenie zawartości wilgoci za pomocą analizatora wilgoci z serii MB	7
Co to jest metoda?	7
Parametry metody	8
Przygotowanie próbki	10
4. Rozpoczęcie pracy: rodzaj próbki i opracowanie metody	11
5. Czyszczenie i konserwacja	14
6. Załącznik	16
Tabela zastosowań — przykładowe metody	16
Rozwiązywanie problemów	18
Dodatkowe porady dotyczące użytkowania analizatora wilgoci.	18
Studium przypadku 1: Jednorodność próbki	19
Literatura	19

1. Wstępne omówienie pojęcia zawartości wilgoci i przegląd technik pomiarowych

Definicja zawartości wilgoci

Woda jest niezbędna do życia — ma zasadnicze znaczenie dla fizycznych i chemicznych funkcji naszego organizmu, spożywanego przez nas jedzenia i otaczających nas materiałów. W wielu branżach przemysłu pomiar zawartości wilgoci w substancjach ma duże — o ile nie krytyczne — znaczenie dla oceny jakości, korekty nieprawidłowych procesów i zapewnienia zgodności produktów z przepisami i wytycznymi. Ilość dostępnej wody decyduje o okresie przydatności i stabilności wielu systemów; na przykład obecność wody w produktach spożywczych ma duży wpływ na ich podatność na aktywność chemiczną, enzymatyczną i bakteryjną.

Zawartość wody jest również ważna podczas przetwarzania i transportu:

- kosmetyków,
- środków farmaceutycznych,
- żywności,
- produktów higieny osobistej,
- masy papierniczej i produktów papierowych,
- specjalistycznych środków chemicznych.

Pomiar ilości wody zawartej w pewnych materiałach może być bardzo trudny ze względu na złożoną budowę cząsteczki wody oraz duże możliwości tworzenia wiązań międzycząsteczkowych. W większości przypadków ilość wody jest łatwiej określić za pomocą pomiaru **zawartości wilgoci, definiowanej jako masa wody na jednostkę masy suchego materiału**.

Wagosuszarki MB firmy OHAUS wykonują pomiary wilgoci metodą termogravimetryczną. Termogravimetryczna analiza wilgoci definiuje wilgotność jako utratę masy obserwowaną podczas podgrzewania próbki i opiera się teoretycznie na odparowywaniu wody podczas procesu suszenia. Ten pomiar nie umożliwia rozróżnienia pomiędzy utratą masy spowodowaną przez utratę komponentów lotnych lub rozkład próbki. **W związku z tym zawartość wilgoci mierzona za pomocą technik termogravimetrycznych uwzględnia wszystkie substancje, które wyparowują podczas podgrzewania próbki i są mierzone jako utrata masy w procesie podgrzewania. Z tego względu przy zastosowaniu urządzenia termogravimetrycznego stosuje się termin „zawartość wilgoci” raczej niż „zawartość wody”.**

Co to jest termogravimetryczna analiza wilgoci?

Zawartość wilgoci ma wpływ na masę, gęstość, lepkość, współczynnik załamania światła i przewodność elektryczną materiału. Metody testowania zawartości wilgoci na ogół korzystają z jednej lub większej liczby tych fizycznych i chemicznych właściwości. Pomiary bezpośrednio dotyczą obecności samej wody albo poprzez jej usunięcie, albo poprzez reakcję chemiczną. Zastosowanie termogravimetrycznego analizatora wilgoci to sposób na dokonanie bezpośredniego pomiaru zawartości wilgoci w próbce poprzez wykorzystanie techniki LOD (utrata podczas suszenia).

Technika LOD mierzy masę próbki przed suszeniem i po oraz wykorzystuje delta masy do określenia procentowej zawartości wilgoci jako masy utraconej podczas suszenia w porównaniu z początkową masą próbki.

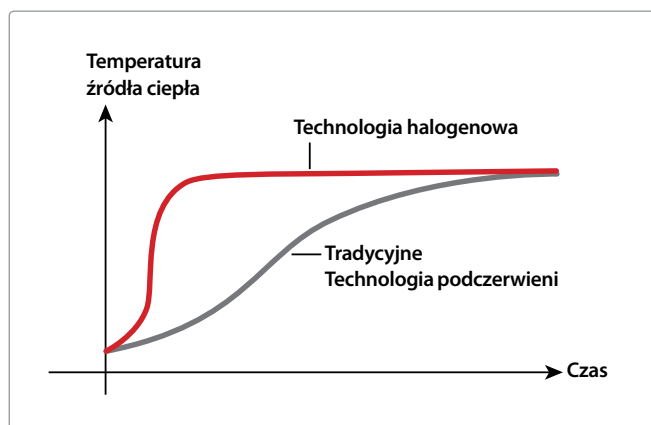
Ten proces na ogół odbywa się w piecu suszarniczym wyposażonym w wagę, która wyznacza początkową i końcową masę próbki oraz wykorzystuje prosty wzór matematyczny w celu określenia zawartości wilgoci ($\frac{\text{masa początkowa} - \text{masa końcowa}}{\text{masa początkowa}}$). Ten proces zazwyczaj trwa kilka godzin i jest podatny na błędy użytkownika. Wagosuszarka działa na tej samej zasadzie, lecz jest systemem automatycznym łączącym element grzejny sterowany mikroprocesorem i analizator w jednym urządzeniu. Dzięki zastosowaniu takiego urządzenia pomiar zawartości wilgoci w próbce to kwestia raczej minut niż godzin.

Technologia halogenowa a grzałka podczerwieni

Termograwimetryczne analizatory wilgoci efektywnie suszą próbkę, przenosząc energię w formie promieniowania (przeniesienie energii w formie fal lub cząstek przez medium, którym w tym przypadku jest próbka), a także konwekcję (przeniesienie ciepła przez ruch masy). Dla porównania konwencjonalny piec suszarniczy głównie korzysta z konwekcji do wysuszenia próbki. Elementy grzejne zarówno z metalu jak i halogenu promieniują energią w widmie podczerwieni. (W serii MB OHAUS stosuje się obie metody).

Promieniowanie podczerwone (IR) jest częścią widma elektromagnetycznego pomiędzy energią mikrofalową a widocznym światłem. Fale podczerwieni obejmują promieniowanie termiczne, a częstotliwość długości fali wynosi od 0,75 mikrometrów (wartość graniczna dla widocznego czerwonego światła) do 1,5 mikrometra (granica z wartościami mikrofal). Energia podczerwieni jest niewidoczna dla ludzkiego oka. Czerwone światło, często kojarzone z procesem podgrzewania podczerwienią, w rzeczywistości jest światłem odbitym z widma widzialnego.

Niektóre wagosuszarki korzystają z grzałki podczerwieni, który jest po prostu kawałkiem metalu o niskiej oporności zamieniającym energię elektryczną na ciepło. Takie rozwiązanie jest idealne dla środowisk (np. w przetwórstwie żywności), gdzie obecność elementów szklanych jest zabroniona przepisami lub ze względów bezpieczeństwa. Grzałki podczerwieni nie są idealne, gdyż posiadają bardzo wysoką masę termiczną i nagrzewają się o wiele dłużej niż lampy halogenowe, przez co trudniej ją kontrolować i nie zapewniają optymalnej powtarzalności w analizatorze wilgoci. Lampy halogenowe posiadają element grzejny z wolframu znajdujący się w kompaktowej szklanej rurce napełnionej halogenem w celu ochrony elementu z wolframu. Lampa halogenowa emituje promieniowanie podczerwone w zakresie fal krótkich od 0,75 do 1,5 mikrometra. Kompaktowe wymiary lampy halogenowej poprawiają czas reakcji podczas podgrzewania/chłodzenia, przyspieszając osiągnięcie pełnej mocy grzewczej przez urządzenie i, w rezultacie, skracając czas suszenia próbki. Pozwala to również na dokładniejszą kontrolę procesu ogrzewania.



Szybki przyrost temperatury w celu minimalizacji czasu trwania testu.

Wydajna lampa halogenowa daje możliwość rozpoczęcia suszenia w ciągu kilku sekund i działa do 40% szybciej od tradycyjnych metod z użyciem grzałki na podczerwień co znacznie poprawia wydajność pracy.

2. Instalacja i konfiguracja początkowa

Prawidłowa instalacja wagosuszarki jest niezwykle ważna w celu zapewnienia wysokiej powtarzalności i możliwie jak najlepszych wyników. Ponieważ zmiany otoczenia mogą mieć niekorzystny wpływ na wynik pomiaru wilgoci, wagosuszkę należy umieścić w miejscu, w którym czynniki środowiskowe (temperatura, wilgotność, drgania itp.) są jak najbardziej stabilne.

Ważne jest nie tylko to, aby zapewnić stabilną temperaturę podczas pomiaru, lecz także to, aby umieścić wagosuszkę w środowisku podobnym do warunków, w których przeprowadzano kalibrację urządzenia. W przypadku zmiany warunków pracy, urządzenie należy ponownie skalibrować za pomocą zestawu regulacji temperatury w celu uzyskania możliwie jak najlepszych wyników. Sposób regulacji temperatury w wagosuszkach z serii MB opisano w instrukcji obsługi.

W kolejnym dziale omówimy czynniki, które należy uwzględnić podczas wyboru miejsca pracy wagosuszarki.

Wybór lokalizacji

Lokalizacja fizyczna

Tak jak w przypadku wag, wagosuszarki należy umieścić na stabilnym stole, na którym nie występują drgania. Powierzchnia powinna być wystarczająco stabilna, aby nie rejestrowały się żadne zmiany masy podczas naciskania na nią lub kiedy ktoś przechodzi w pobliżu. Należy pamiętać, że urządzenie jest wyposażone w wentylator, który wywołuje cyrkulację powietrza z otoczenia wewnątrz urządzenia, aby zapewnić stałą temperaturę ogniwa wagowego podczas pracy. Aby zapewnić prawidłowe funkcjonowanie wentylatora, wagosuszkę należy umieścić w otwartej przestrzeni i nie opierać go o ścianę.

W przypadku bardzo wrażliwych próbek oraz gdy dokładność odczytu ma krytyczne znaczenie, należy rozważyć umieszczenie wagosuszarki w komorze laminarnej ze ścisłą kontrolą temperatury i wilgotności.

Temperatura

Zmiana temperatury i warunki zimnego rozruchu (uruchomienie urządzenia po dłuższej przerwie) mogą mieć niekorzystny wpływ na wyniki. Idealnie należy utrzymywać temperaturę roboczą w wysokości 20°C. Po instalacji urządzenia, temperatura powinna się utrzymywać na stałym poziomie, a urządzenia nie należy umieszczać w pobliżu innych obiektów emitujących ciepło (w tym okien). Temperatura robocza nie powinna nigdy przekraczać wartości granicznych określonych w instrukcji obsługi lub arkuszu danych.

Wilgotność

Duże znaczenie ma również unikanie gwałtownych zmian, które mogą mieć wpływ na ogniwo wagowe i powodować zmianę dryftu temp., potencjalnie prowadząc do niedokładnych wyników pomiarów. Wilgotność względna powinna wynosić ok. 50%. Wilgotność względna otoczenia nigdy nie powinna przekraczać wartości granicznych określonych w instrukcji obsługi lub arkuszu danych. Po instalacji urządzenia wilgotność względna otoczenia powinna pozostać na tym samym poziomie.

Cyrkulacja powietrza

Tak jak w przypadku wag, wagosuszarki należy umieścić w miejscu wolnym od podmuchów powietrza. Dotyczy to również przeciągów spowodowanych przez otwarte okna, ogrzewanie, klimatyzację lub wentylację.

Konfiguracja początkowa

Włączanie

Po zakończeniu konfiguracji najlepiej jest nie odłączać wagosuszarki od zasilania. Kiedy wyświetlacz zostaje wyłączony w celu oszczędzania energii, ogniwo wagowe powinno być stale podłączone do źródła zasilania, aby mogło zostać w każdej chwili użyte do pomiaru. Po podłączeniu urządzenia do źródła zasilania po raz pierwszy urządzenie powinno się nagrzewać przez 3 minuty przed pierwszym użyciem.

Poziomowanie

Wagosusarka powinna zostać wypoziomowana, aby zapewnić dokładność pomiarów. Aby wypoziomować urządzenie, należy obracać stopki poziomujące, dopóki pęcherzyk powietrza nie znajdzie w odpowiednim położeniu. Sposób poziomicowania opisano w instrukcji obsługi.

Regulacja

Wagosuszarki z serii MB firmy OHAUS są wyregulowane fabrycznie i gotowe do pracy w optymalnych środowiskach. Zaleca się ponowną kalibrację urządzenia poprzez adiustację masy i temperatury przed pierwszym użyciem oraz w przypadku zmiany warunków otoczenia (łącznie z przeniesieniem w nowe miejsce) w celu rekompensaty zmian, które mogą mieć wpływ na ilość energii docierającej do powierzchni próbki. Zaleca się również okresową adiustację zawartości wilgoci zgodnie ze sposobem użytkowania, aby zrekompensować gromadzenie się substancji na powierzchniach wewnętrznych (więcej informacji w rozdziale „Czyszczenie i konserwacja”).

3. Określenie zawartości wilgoci za pomocą wagosuszarek z serii MB

Uwaga: Ta część dotyczy wagosuszarki MB120 firmy OHAUS (a niektóre funkcje mogą nie być dostępne w innych modelach), ale opisane tutaj zasady można zastosować do innych wagosuszarek.

Seria wagosuszarek MB firmy Ohaus korzysta z halogenowej technologii pomiarowej (z wyjątkiem modelu MB23, który jest wyposażony w grzałkę podczerwieni). Te urządzenia można stosować do pomiarów zawartości wilgoci w wielu różnych materiałach.

Co to jest metoda?

Metoda to zestaw parametrów określających sposób suszenia próbki. Metoda obejmuje program suszenia, temperaturę(-y), kryteria wyłączenia oraz inne parametry, które określają sposób wyświetlania wyników (np. jednostki miary). Użytkownik może określić najlepszą metodę suszenia próbki w celu osiągnięcia wymaganych wyników.

Dokładność a precyzja

Dokładność określa, w jakim stopniu wartość zmierzona jest zbliżona do wartości rzeczywistej lub prawdziwej. Precyzja określa, w jakim stopniu wartości zmierzone są do siebie zbliżone, powszechnie mierzy się ją za pomocą standardowego odchylenia zestawu wartości. Należy pamiętać, że zadaniem wagosuszarki jest zapewnienie precyzji — tak aby wiele próbek badanych w tych samych warunkach dawało wyniki z bardzo niewielką zmiennością. Użytkownik musi wybrać metodę i przygotować próbkę w sposób zapewniający dokładność.



Aby zilustrować tę koncepcję, można rozważyć przykład pieczenia ciasteczek. Jeśli ciasto zostanie przygotowane w ten sam sposób i podzielone na jednakowe i jednorodne kawałki na blasze do pieczenia, piekarnik może nie dopiec ciasta (jeśli temperatura jest zbyt niska lub czas pieczenia jest zbyt krótki) lub przypalić je (jeśli temperatura jest zbyt wysoka lub czas pieczenia jest zbyt długi). Jednak jeśli ciasto zostanie przygotowane w sposób konsekwentny przy zastosowaniu optymalnej temperatury i czasu, ciasteczka za każdym razem powinny wyjść takie same. Podobnie jeśli użytkownik wagosuszarki wprowadzi odpowiednie parametry, wyniki powinny charakteryzować się bardzo niską zmiennością.

Parametry metody

Temperatura suszenia

Wagosuszarki z serii MB (w zależności od modelu) zapewniają szeroki wybór temperatur suszenia. Podczas suszenia można osiągnąć temperatury od 40°C do 230°C, jednak większość próbek analizuje się w przedziale od 100°C do 140°C.

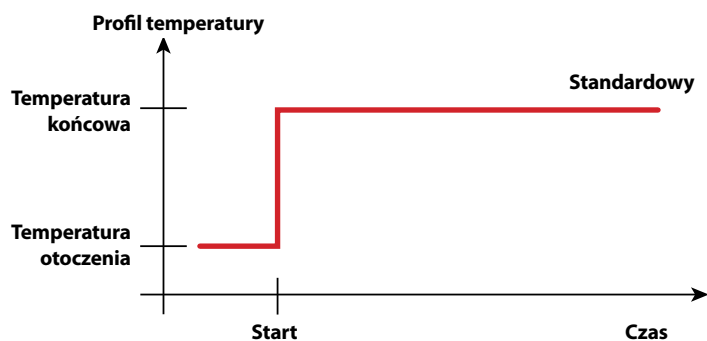
Profil suszenia

Temperatura suszenia zastosowana do usunięcia wilgoci ma duże znaczenie dla zawartości wilgoci. Nadmierne nagrzanie może spowodować wysokie wskazanie procentowe z powodu rozkładu próbki lub zmiany w jej strukturze chemicznej. Oprócz sztucznie wysokich odczytów wyniki bardzo trudno powielić w testach, jeśli profil suszenia jest zbyt ostry. Z drugiej strony, niższy poziom podgrzania może zachować integralność próbki, jednocześnie wydłużając proces suszenia, przez co wyniki testu mogą nie odzwierciedlać warunków technologicznych.

Wagosuszarki z serii MB oferują szereg programów suszenia, dzięki którym użytkownicy mogą dostosować proces suszenia do swoich potrzeb. Poprzez dostosowanie programu suszenia można zoptymalizować pomiary wilgoci i skrócić czas pracy przy minimalizacji rozkładu próbki lub zmian w jej strukturze chemicznej, ostatecznie zwiększając dokładność testów i powtarzalność. Cztery podstawowe profile temperatur — standardowy, szybki, krokowy i łagodny — można dostosować poprzez określenie temperatur(y) docelowych(-ej).

Standardowy

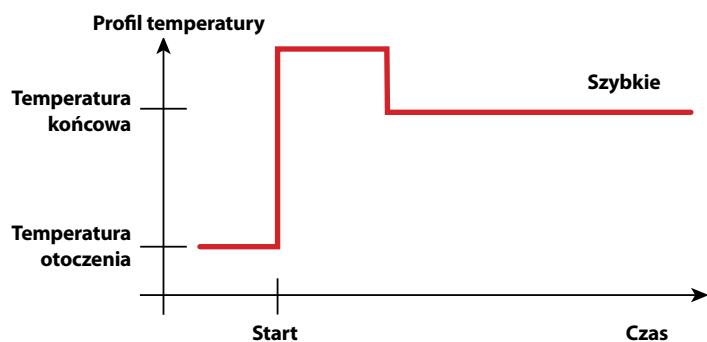
Standardowy profil suszenia jest najbardziej powszechny i odpowiedni dla większości próbek. W tym profilu suszenia temperatura docelowa zostaje osiągnięta i jest utrzymywana do końca pomiaru.



Rysunek 1. Standardowy profil suszenia

Szybki

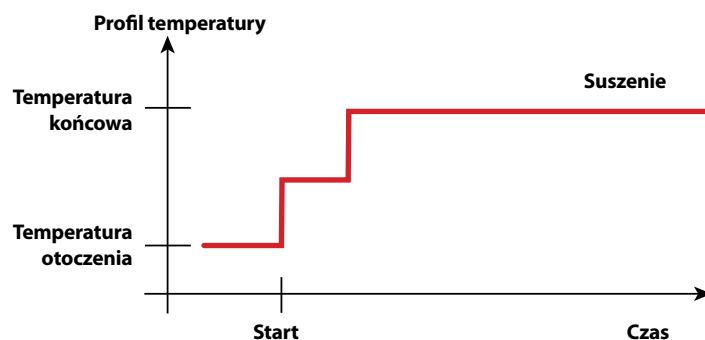
Profil suszenia szybkiego jest odpowiedni dla próbek o wysokiej zawartości wilgoci, gdyż wykorzystuje on dostępną wilgoć do tego, by nie dopuścić do zwęglenia próbki. W tym profilu suszenia, w ciągu pierwszych 3 minut temperatura docelowa zostaje przekroczona o 40%, a następnie obniża się do temperatury docelowej, która utrzymuje się do końca pomiaru.



Rysunek 2. Profil suszenia szybkiego

Krokowy

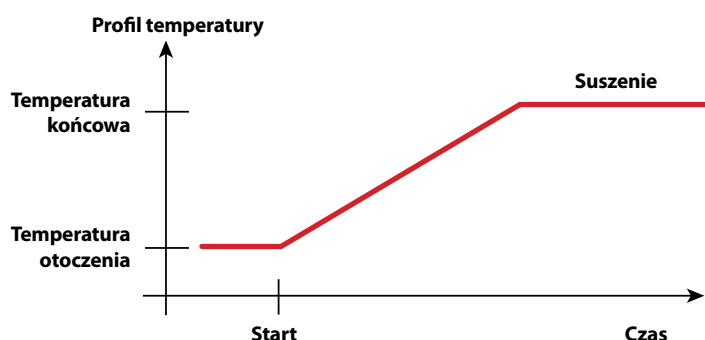
Profil suszenia krokowego pozwala na utrzymywanie różnych temperatur przez określone okresy czasu, co umożliwia lepszą kontrolę temperatury suszenia. Ten profil może być przydatny dla próbek, w których pierwsza temperatura zostaje najpierw wykorzystana do suszenia i pomiaru wilgotności na powierzchni, a wyższa temperatura do uwolnienia i pomiaru wilgotności związanej. Alternatywnie można najpierw zastosować wyższą temperaturę, aby wypalić lotne rozpuszczalniki, a następnie obniżyć ją w celu wykonania pomiaru zawartości wody.



Rysunek 3. Profil suszenia krokowego

Łagodny

Łagodny profil suszenia umożliwia użytkownikowi wolne zwiększanie temperatury w czasie. Może to być przydatne do wysuszenia substancji z wysokim poziomem cukru, gdzie powolny wzrost temperatury umożliwi odparowanie związanej wody przed powstaniem warstwy skarmelizowanej, która uwięzi związaną wodę pod powierzchnią.



Rysunek 4. Profil suszenia łagodnego

Kryteria wyłączenia

Kryterium wyłączenia określa, kiedy wagosuszarka przestaje podgrzewać próbkę i uznaje pomiar za zakończony. Pomiar można zakończyć ręcznie lub za pomocą kilku wbudowanych opcji w celu zapewnienia dokładnych, odtwarzalnych wyników.

Kiedy i jak urządzenie kończy działanie danego profilu pomiarowego można zaprogramować według warunków czasu pracy lub masy stabilnej. Dostępne kryteria wyłączenia dla serii MB są zdefiniowane jako:

1. **Ręczne** – użytkownik definiuje koniec pomiaru i ręcznie wyłącza urządzenie.
2. **Czasowe** – urządzenie wyłącza się automatycznie po upływie ustawionego czasu analizy (np. po 10 minutach).
3. **Auto** – urządzenie wyłącza się automatycznie na podstawie utraty masy w jednostce czasu. Dla wbudowanych kryteriów automatycznego wyłączenia koniec pomiaru następuje, kiedy ogólna zaobserwowana zmiana masy wynosi mniej niż 1 miligram w okresie czasu. Dostępne wstępnie zaprogramowane opcje to:
 - A30 = < 1 mg utraty masy w ciągu 30 sekund (szybko schnące próbki / szybkie pomiary)
 - A60 = < 1 mg utraty masy w ciągu 60 sekund (większość rodzajów próbek)
 - A90: Utrata masy mniejsza niż 1 mg w ciągu 90 sekund, używana dla substancji wolno schnących (np. plastik)
4. **Kryterium Afree** — Kryterium Auto Free jest oparte na zdefiniowaniu przez użytkownika średniej masy traconej w jednostce czasu. W momencie, gdy wartości mierzone będą niższe niż zdefiniowane aparat zakończy pomiar.

Przygotowanie próbek

Pobieranie i przygotowanie próbek ma bardzo duży wpływ na odczyty wilgoci i odtwarzalność. Pobieranie próbek może oznaczać uzyskiwanie próbek z linii technologicznej w określonych odstępach czasu lub z partii w określonym dniu.

Dla odtwarzalności wyników ważne jest, aby badana próbka była reprezentatywną, jednorodną mieszanką analizowanych materiałów. W wielu systemach zawartość wilgoci jest różna w różnych miejscach materiału. Na przykład powierzchnia i krawędzie mogą zawierać mniej wilgoci niż części wewnętrzne. Aby uzyskać reprezentatywną próbkę, materiał powinien być jednorodnie wymieszany, a części tej mieszanki wykorzystane do dalszych badań. (Patrz załącznik „Przykład nr 1”).

Wybrana ilość próbki może mieć wpływ na odczyt wilgoci; jest niezwykle ważne, aby zastosować odpowiednią ilość w celu uzyskania prawidłowego odczytu. Typowo zaleca się próbkę o wielkości 5–10 gramów; minimalna dopuszczalna masa to 0,5 grama. Małe próbki należy stosować, tylko jeśli materiały są trudne do pozyskania lub drogie.

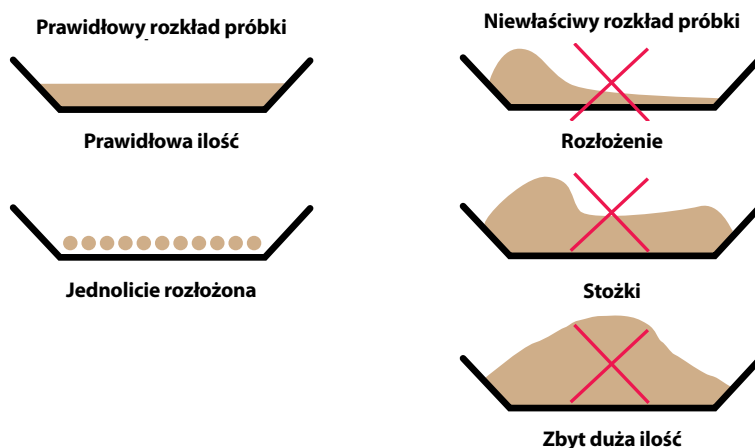
Jest ważne, żeby próbka była równomiernie rozłożona na szalce, a stan fizyczny materiału umożliwiał absorpcję promieniowania IR i odprowadzenie wilgoci. Chociaż niektóre próbki można bezpośrednio umieszczać na szalce, czasem próbka wymaga pewnych zmian stanu fizycznego (np. sproszkowania lub mielenia), aby zintensyfikować przebieg procesu suszenia. Jest również ważne, aby próbka nie zyskiwała ani nie traciła wilgoci podczas tego procesu. Przy dołożeniu minimalnych starań i odpowiednim planowaniu można łatwo uniknąć zmian w zawartości wilgoci podczas przygotowywania próbek.

Zaleca się badanie próbek natychmiast po ich przygotowaniu. Przechowywanie próbki w hermeticznym zamkniętym pojemniku sprawi, że migracja wilgoci nie będzie możliwa przed analizą ani pomiędzy poszczególnymi analizami.

Nakładanie próbki na szalkę

Wielkość próbki zależy od możliwości ułożenia próbki na szalce i zawartości wilgoci w próbce. W zależności od zawartości wilgoci wielkość badanej próbki może mieć wpływ na optymalizację warunków suszenia i odtwarzalność.

Równomierne rozłożenie próbki na szalce będzie miało również wpływ na odczyt zawartości wilgoci i odtwarzalność pomiaru. Idealnie próbka powinna być ułożona na powierzchni szalki, tworząc ciekłą, równą warstwę. Próbka może się spalić, jeśli zostanie rozłożona zbyt cienko, a zbyt gruba warstwa może powodować zatrzymywanie wilgoci — w każdym przypadku będzie to mieć wpływ na dokładność i odtwarzalność końcowego odczytu zawartości wilgoci.



Rysunek 5. Przykłady dobrego i złego rozmieszczenia próbki na szalce

Zastosowanie sączek z włókna szklanego

Sączki z włókna szklanego są przydatnym środkiem do nakładania próbek płynnych dzięki obojętnej, porowatej powierzchni. Rozprowadzenie płynu na sączku z włókna zmniejsza napięcie powierzchniowe próbki, zwiększając ogólną powierzchnię próbki i skracać czas analizy. W przypadku bardzo wrażliwych pomiarów lub do celów badawczych, sączki można przechowywać w eksykatorkach, aby uniknąć wpływu podkładki na odczyt zawartości wilgoci. (Nie ma to zasadniczego znaczenia dla rutynowych analiz).

Sączki z włókna szklanego można również wykorzystać do materiałów wrażliwych na ciepło lub wytwarzających „naskórek” podczas procesu suszenia. Stosując sączek jako warstwę górną lub umieszczając materiał pomiędzy dwoma sączkami, chronimy próbkę przed promieniowaniem IR. Próbkę można osuszyć przy zastosowaniu ciepła konwencjonalnego zamiast promieniowania podczerwonego.

4. Rozpoczęcie pracy:

Rodzaj próbki i opracowanie metody

Wagosuszarki z serii MB firmy OHAUS można stosować do analizy wielu różnych materiałów. Urządzenia z serii MB mają bogaty wybór opcji (np. temperaturę, programy suszenia, kryteria wyłączenia) umożliwiające opracowanie najlepszej metody do analizy danej substancji. Jednak przygotowanie optymalnej metody może stanowić wyzwanie; z tego względu zalecamy poświęcenie odpowiedniej ilości czasu na eksperymentowanie z opracowaniem metody.

Podczas projektowania i optymalizacji protokołu badania należy posiadać odpowiednią wiedzę na temat materiału. Przed przystąpieniem do pracy należy wziąć pod uwagę trzy czynniki wymienione poniżej:

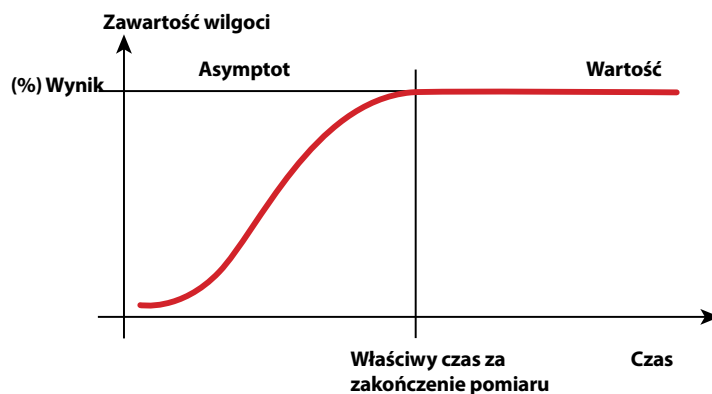
Przybliżona zawartość wilgoci	• Na podstawie informacji w literaturze • Obliczona ze składników początkowych • Oszacowana przez porównanie z podobnymi materiałami
Wrażliwość na ciepło	• Obecność składników lotnych oprócz wody • Obecność składników łatwopalnych • Właściwości spalania próbki
Stan fizyczny próbki	• Właściwości powierzchniowe, zwiększona absorpcja podczerwieni • Równomierna ekspozycja próbki na ciepło • Zwiększona przewodność cieplna • Możliwość odprowadzenia ciepła i wilgoci z powierzchni

Najpowszechniejszym sposobem opracowania metody dla określonej substancji jest uzyskanie wartości referencyjnej, a następnie przygotowanie metody pozwalającej na uzyskanie wartości docelowej w możliwie jak najkrótszym czasie suszenia. Aby uzyskać wartość referencyjną, należy zastosować konwencjonalną procedurę LOD oraz analizator i piec suszarniczy. Alternatywnie, można wykorzystać eksykator, titrator Karla Fischera lub inne metody.

Po uzyskaniu wartości referencyjnej można przystąpić do opracowywania odpowiedniej metody na wagosuszarce. Zalecamy przygotowanie próbki i wysuszenie jej do intuicyjnie wytypowanej temperatury, a następnie analizę otrzymanej krzywej suszenia. Na przykład:

- Standardowe suszenie w temp. 120°C
- Kryterium wyłączenia A60

Zrozumienie krzywej suszenia wygenerowanej podczas suszenia próbki pomoże w określeniu odpowiednich warunków badania próbki. Asymptotyczne krzywe suszenia wskazują na próbki osiągające stałą wartość wilgoci podczas procesu suszenia. Optymalizacja profilu temperatury i kryterium wyłączenia jest na ogół prosta i pozwala na uzyskanie powtarzalnych danych.



Rysunek 6. Krzywa asymptotyczna, masa stabilna

W przedstawionym przykładzie (rysunek 6) próbka osiągnęła stan stabilny, spełniając kryterium wyłączenia. Jeśli osiągnięta wartość końcowa jest niższa niż wartość oczekiwana, oznacza to, że temperatura nie jest wystarczająco wysoka, aby umożliwić uwolnienie całej związanej wilgoci; należy zwiększać temperaturę i powtarzać pomiar, dopóki nie zostanie osiągnięta optymalna temperatura. W przeciwnym przypadku, jeśli uzyskana wartość jest zbyt wysoka, może to wskazywać na zmianę składu (spalenie) próbki; należy zmniejszać temperaturę i powtarzać pomiar. Należy przeprowadzać wzrokowe kontrole próbki, aby móc stwierdzić, czy nie doszło do jej spalania lub zwęglenia.

W innych przypadkach próbki mogą nie osiągnąć stabilnej masy podczas całego procesu suszenia — w takich sytuacjach uzyskany profil suszenia będzie przypominać profil przedstawiony na rys.7. Taka krzywa wskazuje na rozkład termiczny próbki lub stałe parowanie składników lotnych. Optymalizacja w tym przypadku może wymagać obniżenia profilu temperatury zastosowanego podczas suszenia. Kończenie testu po upływie określonego czasu oraz zachowanie takiej samej początkowej masy próbki również przyczynia się do uzyskania lepszej powtarzalności.



Rysunek 7. Krzywa suszenia dla próbki, która nie osiąga stabilnej masy

W niektórych przypadkach może być konieczne określenie zawartości wilgoci wyłącznie za pomocą analizatora (tj. nie zostanie podana wartość referencyjna, lub nie można jej zmierzyć). Metodę należy wówczas opracować zgodnie z powyższą definicją w celu osiągnięcia jak najkrótszego czasu suszenia i powtarzalnych wyników. Warto jest przeprowadzić kilka pomiarów, aby określić i zwalidować metodę. Należy pamiętać, że wynik może nie wskazywać rzeczywistej zawartości wilgoci, lecz może być analogiem lub punktem odniesienia do wartości wilgoci (tj. wartość końcowa nie reprezentuje pełnej i prawdziwej zawartości wilgoci, można wykryć odstępstwa od rzeczywistej zawartości wilgoci w próbce).

Zgodność wagosuszarek z zasadami dobrej praktyki laboratoryjnej i normami ISO

Kontrola jakości ma w większości firm znaczenie krytyczne ze względu na konieczność zachowania konkurencyjności, a wagosuszarka stanowi ważną część systemu kontroli jakości. Wagosuszkę OHAUS MB120 można łatwo zintegrować z ogólnym systemem jakości, np. zgodnym z zasadami najlepszej praktyki laboratoryjnej lub produkcyjnej, lub wdrożyć w organizacji jako normę, taką jak ISO9000. Wymagania zasad dobrej praktyki i normy ISO narzucają obowiązek prowadzenia dokumentacji wszystkich procedur regulacji/kalibracji oraz testów wykonywanych na urządzeniu pomiarowym.

Element pomiarowy każdej wagosuszarki OHAUS można wyregulować zgodnie z procedurą opisaną w instrukcji i przy użyciu certyfikowanej wagi.

Element grzejny wagosuszarki można również wyregulować za pomocą odpowiedniej procedury dla wagosuszek. Element grzejny można wyregulować zgodnie z procedurą przedstawioną w instrukcji obsługi. Procedurę tę można przeprowadzić za pomocą skalibrowanego termometru, aby zapewnić wyznaczanie zawartości wilgoci w identycznych warunkach bez względu na lokalizację.

Te regulacje można udokumentować, korzystając z oprogramowania produktu i dołączonej drukarki.

--OZNACZANIE WILGOCI--	
Halogenowy analizator	
wilgoci, typ	MB120
SNR (urządzenie suszące)	B550824411
SNR (terminal)	
SW (urządzenie suszące)	1,20
SW (terminal)	1.01.01
Nazwa metody	
Program suszenia	
CIASZECZKA	Standardowy
Temperatura suszenia	160°C
Wyłączanie swobodne	(1mg/20s)
Masa początkowa	1,917 g
00:00 min	0,00 %MC
00:30 min	12,05 %MC
01:00 min	27,07 %MC
01:30 min	39,49 %MC
02:00 min	51,80 %MC
02:30 min	63,33 %MC
03:00 min	71,94 %MC
03:30 min	77,31 %MC
04:00 min	80,18 %MC
04:30 min	81,06 %MC
04:35 min	81,06 %MC
Czas całkowity	4:37 min
Wynik końcowy	81,06 %MC
Identyfikator próbki:	
.....	
Podpis:	
.....	
23 lutego 2016 09:35	
----- KONIEC -----	

Rysunek 8. Przykładowy wydruk po zakończeniu testu



5. Czyszczenie i konserwacja

Utrzymywanie odpowiedniej czystości wagosuszarki i zapewnienie prawidłowej kalibracji urządzenia pomaga uzyskać prawidłową pracę urządzenia i spójne wyniki. Należy sprawdzić, czy wszystkie powierzchnie komory grzewczej są wolne od kurzu i pozostałości z poprzednich pomiarów. Obszar wokół szalki na próbkę powinien być czysty — należy z niego usunąć pierścien i opróżnić go, kiedy zajdzie taka potrzeba. Zaleca się stosowanie łagodnego środka czyszczącego do przemywania wszystkich powierzchni. Wagosuszarki MB90 i MB120 umożliwiają wyjęcie osłony szalki poniżej elementu grzewczego, co znacznie ułatwia czyszczenie (bez stosowania narzędzi) w celu zapewnienia równomiernego przenoszenia ciepła do próbki.

Załącznik A — Przykładowe metody

Tabela zastosowań — przykładowe metody

W poniższej tabeli zestawiono dane uzyskane za pomocą wagosuszarki MB45. Przeanalizowano reprezentatywną grupę różnych próbek z różnych branż pod kątem zawartości wilgoci. Określono sposób przygotowania próbki, programy suszenia, kryteria wyłączenia oraz uzyskaną zawartość wilgoci (jako wartość procentową MC). Tabela może służyć jako punkt odniesienia przy definiowaniu programów roboczych dla danej próbki. Zalecamy optymalizację programu w celu dostosowania go do indywidualnych potrzeb.

Próbka	Waga docelowa	Metoda przyg.
(%) Suche składniki żywności		
Mąka	3 g	tak jak jest, dobrze wymieszana
Mączka kukurydziana	3 g	tak jak jest, dobrze wymieszana
Kakao w proszku	3 g	tak jak jest, dobrze wymieszana
Mieszanka naleśnikowa	3 g	tak jak jest, dobrze wymieszana
Mieszanka na ciasto	3 g	tak jak jest, dobrze wymieszana
Mleko w proszku	3 g	tak jak jest, dobrze wymieszana
Kawa rozpuszczalna	3 g	tak jak jest, dobrze wymieszana
Syropy cukrowe		
Miód	1 g	po między filtrami
Melasa	1 g	po między filtrami
Syrop kukurydziany	1 g	po między filtrami
Gotowe produkty spożywcze pieczone/smażone		
Ciasto	3 g	jednorodna mieszanka okruszków
Krakers	3 g	jednorodne mielone okruszki
Słodki herbatnik	5 g	jednorodne mielone okruszki
Chips ziemniaczany	3 g	małe kawałki
Prażone orzeszki ziemne	3 g	mielone, 15 sek.
Różne produkty		
Marchewka	3 g	tarta
Suszone warzywa	2 g	tak jak jest
Suszone zioła	1 g	tak jak jest
Gotowy do spożycia budyń	2 g	po między filtrami
Kremowy sos sałatkowy	3 g	rozsmarowany na szklanej podkładce
Niskotłuszczowy sos	2 g	po między podkładkami
Pasza/karma dla zwierząt/ziarna		
Sucha karma dla psów	5 g	mielona, 30 sek.
Granulowana karma dla zwierząt domowych	5 g	mielona, 30 sek.
Śrutowana kukurydza	5 g	mielona, 30 sek.
Nasiona żyta	5 g	mielone, 45 sek.
Produkty higieny osobistej		
Mydło do rąk w płynie	1 g	cienko rozsmarowane na podkładce
Mydło w kostce	2 g	cienkie płatki zeskrobane do naczynia
Pasta do zębów	1 g	cienko rozsmarowane na podkładce
Krem do skóry	1 g	cienko rozsmarowane na podkładce
Dezodorant w sztyfcie	2 g	cienkie płatki zeskrobane do naczynia
Detergent w proszku	3 g	tak jak jest
Różne		
Farba lateksowa	1 g	po między filtrami
Klej do drewna	1 g	cienko rozsmarowane na podkładce
Mieszanka zaprawy	3 g	tak jak jest
Mieszanka ziemi	3 g	tak jak jest

	Profil suszenia	Kryteria wyłączenia	Czas	% MC	wartość p (%)
	szybki, 130°C	A/60	4 min.	13.4	0.11
	szybki, 130°C	A/60	4 min.	12.5	0.15
	standardowy, 160°C	czasowe	5 min.	7.4	0.12
	standardowy, 160°C	czasowe	5 min.	12.4	0.07
	standardowy, 140°C	ręczne	4 min.	5.2	0.09
	szybki, 80°C	ręczne	4 min.	3.7	0.2
	standardowy, 95°C	A/30	5 min.	14.5	0.06
	krokowy, 130°C 5 min, 110°C 3 min	czasowe	8 min.	16.1	0.07
	krokowy, 130°C 5 min, 110°C 3 min	czasowe	8 min.	21.7	0.48
	krokowy, 140°C 3 min, 110°C 6 min	A/30	9 min.	21.7	0.1
	krokowy, 140°C 3 min, 110°C 4 min	A/30	7 min.	33.6	0.2
	szybki, 80°C	A/60	4 min.	3.7	0.04
	szybki, 95°C	czasowe	4 min.	5.3	0.03
	standardowy, 95°C	A/30	2 min.	0.78	0.08
	standardowy, 95°C	czasowe	5 min.	1.3	0.04
	krokowy, 180°C 3 min, 120°C 3 min	A/30	18 min.	89.4	0.08
	szybki, 80°C	A/30	3 min.	2.4	0.01
	standardowy, 110°C	A/30	2 min.	9.8	0.04
	krokowy, 180°C 3 min, 120°C 3 min	A/30	15 min.	71	0.1
	krokowy, 180°C 3 min, 120°C 3 min	ręczne	4 min.	34.9	0.95
	szybki, 130°C	A/30	10 min.	72.6	0.14
	szybki, 80°C	czasowe	4 min.	5.8	0.08
	szybki, 110°C	czasowe	4 min.	11.3	0.13
	szybki, 110°C	czasowe	4 min.	10.2	0.04
	szybki, 110°C	czasowe	4 min.	10.6	0.21
	krokowy, 180°C 3 min, 120°C 1 min	A/30	4 min.	82	0.09
	standardowy, 110°C	A/30	7 min.	9.74	0.21
	szybki, 130°C	A/30	3 min.	34.7	0.03
	krokowy, 180°C 3 min, 120°C 8 min	A/30	11 min.	87.7	0.35
	standardowy, 110°C	A/30	9 min.	36.7	0.4
	szybki, 110°C	A/30	3 min.	6.2	0.22
	szybki, 170°C	A/30	5 min.	58.3	0.26
	standardowy, 135°C	A/30	7 min.	52.9	0.42
	szybki, 200°C	A/30	1 min.	1.73	0.04
	szybki, 200°C	ręczne	5 min.	68.9	0.66

Rozwiązywanie problemów

Poniższa tabela przedstawia możliwe rozwiązania problemów, które mogą wystąpić podczas użytkowania MB120/MB90.

Problem	Możliwe rozwiązania
Próbka spala się podczas analizy	• Obniżyć temperaturę • Wypróbować program krokowy lub łagodny, aby kontrolować temperaturę • Skrócić czas pracy/ekspozycji na ciepło • Chronić próbkę, przykrywając ją sączkiem z włókna szklanego
Czas analizy jest zbyt długi	• Zwiększyć temperaturę suszenia • Zastosować program szybki lub krokowy • Zmniejszyć wielkość próbki • Zwiększyć powierzchnię poprzez zastosowanie sączka z włókna szklanego
Wyniki nie są dokładne	• Zwiększyć masę próbki (niski % MC) • Zmniejszyć masę próbki (wysoki % MC) • Wypróbować automatyczne kryterium wyłączenia • Sprawdzić profil suszenia pod kątem stałej masy • Zapewnić jednorodne próbkowanie
Wyniki nie są odtwarzalne	• Zwrócić uwagę na jednolite przygotowanie próbek niemające wpływu na próbkę • Wypróbować automatyczne kryterium wyłączenia • Uwzględnić profil suszenia, spalanie próbki lub niewystarczające suszenie próbki
Próbka traci masę podczas ważenia	• Robić przerwy pomiędzy pomiarami, aby urządzenie mogło przestygnąć • Nakładać próbkę na szalkę suszącą poza urządzeniem suszącym
Próbka nie osiąga stałej masy podczas suszenia	• Zastosować czasowe kryteria wyłączenia • Obniżyć temperaturę suszenia
Próbka topi się podczas podgrzewania	• Zastosować sączek z włókna szklanego
Zawartość wilgoci w próbce jest niska	• Zwiększyć wielkość próbki
Próbka zawiera materiał łatwopalny	• Postępować zgodnie z zasadami bezpieczeństwa zawartymi w instrukcji obsługi

Dodatkowe porady dotyczące użytkowania wagosuszarki

Wagosuszarki z serii MB firmy OHAUS to doskonałe narzędzia do prowadzenia rutynowych analiz w zakładzie przetwórczym. Są wytrzymałe, łatwe w obsłudze i szybko dostarczają miarodajnych danych. Można je również stosować w laboratoriach badawczych przy prowadzeniu podstawowych badań naukowych. Należy podjąć pewne środki ostrożności w celu zapewnienia odtwarzalnych i jak najbardziej precyzyjnych wyników pomiaru uzyskiwanych za pomocą tych urządzeń. Poniżej przedstawiono sposoby kontrolowania zmiennych operacyjnych dla wagosuszarek:

- Odczekać, aż urządzenie ostygnie pomiędzy pomiarami. Jeśli po poprzedniej analizie wewnątrz urządzenia nadal panuje bardzo wysoka temperatura, może to mieć wpływ na odczyt masy początkowej i spowodować niedokładność końcowej wartości MC.
- Należy utrzymywać jednolitą wartość masy początkowej. Odczyt końcowy (masa) to czynnik w procesie suszenia, tak więc zachowanie jednolitej masy początkowej zminimalizuje różnice spowodowane parametrami fizycznymi wprowadzanej próbki i profilem suszenia.
- W miarę możliwości należy kontrolować środowisko laboratorium. W przypadku bardzo wrażliwych próbek oraz gdy dokładność odczytu ma krytyczne znaczenie, należy rozważyć zastosowanie komory laminarnej ze ścisłą kontrolą temperatury i wilgotności. Ogólnie rzecz biorąc, najlepszym rozwiązaniem jest umieszczenie urządzenia w pomieszczeniu bez okien, aby zminimalizować ekspozycję na skrajne temperatury, przeciągi i inne warunki środowiskowe.

Przykład nr 1: Jednorodność próbki

Poniższy przypadek ilustruje konieczność zachowania jednorodności próbki. W tym przypadku zbadano próbkę żółtego ciasta pod kątem % zawartości wilgoci. Kawałki ciasta odłamano w dowolnie wybranych miejscach, a następnie rozdrobniono na drobne okruszki i ułożono na szalce wagowej. Próbki suszono przy wykorzystaniu profilu krokowego (140°C 3 min, 110°C do całkowitego wysuszenia). Zakończenie analizy zostało wyznaczone przez automatyczne wyłączenie urządzenia (A30).

Wyniki pierwszych trzech analiz:

% zawartość wilgoci = 35,03, 36,05, 32,95

Średnia wartość = 34,68

Odchylenie standardowe = 1,58

Wyniki testów wykazały dość znaczne rozproszenie, przy bardzo wysokiej wartości odchylenia standardowego. Ocena krzywej suszenia i produktu końcowego po suszeniu wykazała wystarczające wysuszenie próbki bez oznak rozkładu. Wynikało z tego, że profil temperatury był odpowiedni dla ciasta, a problem mógł być efektem braku jednorodności samej próbki. Przygotowano nową próbkę, pobierając fragmenty z jej reprezentatywnego przekroju, rozdzielając je na drobne okruszki i dokładnie mieszając. Drugą serię analiz przeprowadzono na bardziej jednorodnie wymieszanej próbce ciasta.

Poniżej przedstawiono wyniki z drugiej serii analiz przy wykorzystaniu bardziej jednorodnej próbki ciasta:

% zawartość wilgoci = 33,60, 33,83, 33,42

Średnia wartość = 33,62

Odchylenie standardowe = 0,2

Dane uzyskane z tych próbek są bardziej powtarzalne, a wartość odchylenia standardowego mieści się w zakresie roboczym urządzenia.

Literatura

Hamburg, Morris. Basic Statistics 3rd edition. Harcourt Brace Jovanovich Inc., 1985.

"Electronic Spectrum." NASA Observatorium-Reference Module, 1999.

"Elementary Concepts of Statistics." Electronic Textbook Statsoft, 1999.

Fennema, Owen. "Water and Ice." Food Chemistry 2nd. Marcel Dekker, Inc., 1985.

"Methods of Moisture Content Determination." Mettler Toledo, 1998.



OHAUS Europe GmbH

Firma OHAUS istnieje na rynku od ponad stu lat. Jest producentem m.in. szerokiej gamy wysoko precyzyjnych wag elektronicznych i mechanicznych, znajdujących zastosowanie niemal w każdej branży. Ohaus jest światowym liderem w dziedzinie pomiarów dokonywanych w laboratoriach, przemyśle, edukacji, jak również na wielu rynkach specjalistycznych, takich jak spożywczy, farmaceutyczny, czy jubilerski. Produkty firmy OHAUS charakteryzuje precyzja, niezawodność i przystępna cena, a specjaliści ds. obsługi klienta należą do najlepszych w branży.

OHAUS Europe GmbH

Im Langacher 44
8606 Greifensee
Switzerland
e-mail: ssc@ohaus.com
Tel: 0041 22 567 53 19
e-mail: tsc@ohaus.com
Tel: 0041 22 567 53 20

www.ohaus.com

*OHAUS Corporation
posiada certyfikat ISO
9001:2008*

ISO 9001:2008

System Zarządzania
Jakością
CH11C060